

Анализ германа высокой чистоты природного и изотопно-обогащённого состава хромато-масс-спектроскопическим методом

^{аб} Крылов В.А., ^аЧернова О.Ю., ^аСозин А.Ю.

^а Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Деятовых Российской академии наук, ул. Троицкого 49, 603950, Нижний Новгород ГСП-75, Россия.

^б Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского, просп. Гагарина 23, 603950 Нижний Новгород, Россия.

E-mail: krylov@ihps.nnov.ru

Герман высокой чистоты является исходным веществом для получения высокочистого германия, который находит широкое применение в полупроводниковой промышленности, для производства детекторов ИК- и ядерного излучения, стекол на основе GeO_2 и других целей. Изотопы германия обладают рядом уникальных свойств, в частности высокочистый ^{76}Ge перспективен для изготовления детекторов для исследования двойного безнейтринного β -распада. Поэтому разработка высокочувствительных методик анализа германа и получение надёжной информации о его примесном составе является актуальной задачей.

Исследован примесный состав образцов высокочистого германа с природным и обогащенным по изотопу ^{76}Ge составом, а также различных фракций, выделенных при его очистке методом криофильтрации и низкотемпературной ректификации. Анализ выполняли на хромато-масс-спектрометре Agilent 6890/MSD 5973N. Ионизацию примесей осуществляли электронным ударом при энергии электронов 70 эВ и положительной химической ионизацией метаном при энергии электронов 149 эВ. Пробу вводили в прибор с помощью разработанной нами вакуумной системы, выполненной из трубок нержавеющей стали марки 12X18H10T и включающей мембранные краны (ТУ 14-3Р-09-94). Дозирование германа в колонку осуществляли автоматическим краном-дозатором "Valco Instruments Co. Inc.". Объем вводимой пробы составлял 50 мкл, давление 0.1-1 атм. Для разделения примесей с низкими относительно германа температурами кипения использовали капиллярную адсорбционную колонку GS-GasPro 60 м × 0.32 мм с модифицированным силикагелем. Разделение примесей менее летучих веществ проводили с использованием колонки с сорбентом политриметилсилилпропином 25 м × 0.26 мм, $d_f = 0.25$ мкм.

Идентификацию примесей проводили сравнением их масс-спектров с масс-спектрами базы данных NIST, с известными из литературы. Примеси, отсутствующие в этих источниках, идентифицировали с применением химической ионизации и по фрагментным ионам, полученными при электронном ударе. В образцах германа с природным и изотопно-обогащенным составом установлено 45 примесных веществ, среди которых атмосферные газы, сероводород, предельные и непредельные углеводороды C_1 - C_9 , фтор- и хлорсодержащие углеводороды, ароматические углеводороды, эфиры, гомологи германа, алкил- и хлорпроизводные германа, хлордигерман. Из них 21 примесь идентифицирована впервые. Пределы обнаружения примесей составили $5 \cdot 10^{-6}$ – $4 \cdot 10^{-8}$ мол.%. Их значения находятся на уровне лучших известных из литературы и ниже до 250 раз.